

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-21888

(P2000-21888A)

(43) 公開日 平成12年1月21日 (2000.1.21)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テラコード (参考)
H 0 1 L 21/32A		H 0 1 L 21/32A	G
21/22	5 0 1	21/22	5 0 1 M

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平10-198133

(22) 出願日 平成10年6月30日 (1998.6.30)

(71) 出願人 000190138

信越石英株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目22番2号

(72) 発明者 大橋 宜夫

福島県郡山市田村町金屋字川久保88番地

信越石英株式会社石英技術研究所内

(72) 発明者 山形 茂

福島県郡山市田村町金屋字川久保88番地

信越石英株式会社石英技術研究所内

(74) 代理人 100101960

弁理士 服部 平八

(54) 【発明の名称】 高純度溝切り面を有するシリコンウエーハ熱処理用石英ガラス治具およびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 微小な凹凸やマイクロクラックの開放に基づく鋭角な凹凸がなく、遷移金属元素等の付着残留物もない高純度の溝切り面を有するシリコンウエーハ熱処理用石英ガラス治具、およびその製造方法を提供すること。

【解決手段】 切削加工による溝きり面を有するシリコンウエーハ熱処理用石英ガラス治具において、該溝切り面が亀甲構造をなし、溝切り面全体の表面粗さが中心線平均粗さ (R<sub>a</sub>) で0.5~5 μmであることを特徴とする高純度溝切り面を有するシリコンウエーハ熱処理用石英ガラス治具、およびその製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 切削加工による溝切り面を有するシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具において、前記溝切り面が亀甲構造をなし、溝切り面全体の表面粗さが中心線平均粗さ（ $R_a$ ）で0.5～5 $\mu\text{m}$ であることを特徴とする高純度溝切り面を有するシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具。

【請求項2】 亀甲構造の突起間の平均間隔が20～200 $\mu\text{m}$ 、突起の凹部に対する最大高さ（ $R_{max}$ ）が2～20 $\mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項1記載の高純度溝切り面を有するシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具。

【請求項3】 シリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具を切削加工したのち、20～70wt%のフッ酸を用い、温度（T）273～323Kで、かつ式1

$$\text{【式1】 } t = V / \{ 7.2 \times C^{2.4} \times \exp \{ -2.7 \times 10^4 / (8.31 \times T) \} \}$$

（ただし、Vはエッチング量（ $\mu\text{m}$ ）、Cはフッ酸濃度（wt%）、Tは絶対温度（K）、tはエッチング時間（min）を表す。）で表わされる時間でエッチング処理を行い、切削面から石英ガラスを20～200 $\mu\text{m}$ 除去して溝切り面を亀甲構造とすることを特徴とするシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具の製造方法。

【請求項4】 切削加工をダイヤモンドブレードで行うことを特徴とする請求項3記載の高純度溝切り面を有するシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具の製造方法。

【請求項5】 ダイヤモンドブレードがメタルボンド型ダイヤモンドブレード、レジンボンド型ダイヤモンドブレード又はビトリファイドボンド型ダイヤモンドブレードのいずれかであることを特徴とする請求項4記載の高純度溝切り面を有するシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、高純度溝切り面を有するシリコンウェーハ熱処理用治具およびその製造方法、さらに詳しくはシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具の溝切り面に石英ガラスパーティクルや遷移金属元素異物のない高純度のシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具およびその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来技術】 従来、シリコンウェーハの熱処理治具としては、耐熱性があり、かつ高純度であるところから石英ガラス治具が用いられてきた。前記石英ガラス治具の加工では、例えばウェーハボートのように多数の溝を一定のピッチでしかも高精度に切削する必要があるところからダイヤモンドブレードが一般的に用いられる。しかしながら、シリカガラスが脆性材料であるところからダイヤモンドブレードによる切削によって加工面に微小な凹凸やマイクロクラックが発生しシリコンウェーハを損傷

したり、或いはダイヤモンドブレードの結合剤に由来する各種遷移金属元素による異物が切削面に付着残留し、それがシリコンウェーハの熱処理時に溶解、拡散してウェーハを汚染するなどの欠点があった。そのためダイヤモンドブレードによる切削後、石英ガラス治具をフッ酸溶液で軽くエッチング洗浄する方法が提案されているが、この希薄フッ酸による軽いエッチング洗浄では溝切り面が粗面化してウェーハを傷つけたり、或いは洗浄が完全でないため各種遷移金属元素異物が残留しシリコンウェーハを汚染し、製品歩留まりを低くすることがあった。また、研削後の溝切り面を酸水素バーナーやプロパンバーナー等のバーナー炎で炙り、切削加工で発生した微小な凹凸やマイクロクラックを取り除いて平滑な面にする、いわゆるファイヤーポリッシュ加工法も提案されているが、この方法では切削加工時に付着した異物の溶解、拡散による汚染に加えてバーナー火口やガスによる汚染も起こることがあり満足できる処理方法ではなかった。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 こうした現状に鑑み、本発明者等は鋭意研究を続けた結果、ダイヤモンドブレードで加工したシリカガラス熱処理部材を所定の切削条件、及びエッチング条件で処理することで、溝切り面に亀甲構造を形成するとともに、微小な凹凸やマイクロクラックの開放に基づく鋭角な凹凸を滑らかにし、かつ各種遷移金属元素異物を完全に除去したシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具が得られることを見出して、本発明を完成したものである。すなわち、

【0004】 本発明は、微小な凹凸やマイクロクラックの開放に基づく鋭角な凹凸がなく、遷移金属元素異物の付着がない高純度溝切り面を有するシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具を提供することを目的とする。

【0005】 また、本発明は、溝切り面が亀甲構造をなす新規な高純度溝切り面を有するシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具を提供することを目的とする。

【0006】 さらに、本発明は、上記高純度溝切り面を有するシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具の製造方法を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成する本発明は、切削加工による溝きり面を有するシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具において、前記溝切り面が亀甲構造をなし、溝切り面全体の表面粗さが中心線平均粗さ（ $R_a$ ）で0.5～5 $\mu\text{m}$ であることを特徴とする高純度溝切り面を有するシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具、およびその製造方法に係る。

【0008】 本発明のシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具は、上述のとおりその溝切り面が亀甲構造をなし、溝切り面全体の表面粗さが中心線平均粗さ（ $R_a$ ）で0.5～5 $\mu\text{m}$ の範囲にある石英ガラス治具である。

前記亀甲構造とは、多角形状の突起物が不規則に連結し、その断面が山状の突起とそれをはさむなだらかな凹部とを有する構造をいい、その断面模式図を図1に示す。そしてこの亀甲構造の突起間の平均間隔は20～200μm、突起の凹部に対する最大高さ(R<sub>max</sub>)は2～20μmの範囲にあるのがよい。また、前記シリコンウエーハ熱処理用石英ガラス治具が有する溝切り面全体の表面粗さは中心線平均粗さ(R<sub>a</sub>)で0.5～5μmの範囲にある必要がある。前記中心線平均粗さが0.5μm未満に切削することは生産性、コスト上、実用的でなく、また5μmを超えると切削面が亀甲構造であっても、その粗さによってシリコンウエーハが損傷を受け好ましくない。

【0009】上記シリコンウエーハ熱処理用石英ガラス治具は、熱処理用石英ガラス治具をダイヤモンドブレードによる切削加工によって溝切りし、次いで20～70wt%のフッ酸を用い、温度(T)273～323Kで、かつ式2

【0010】

【式2】 $t = V / [7.2 \times C^{2.4} \times \exp \{-2.7 \times 10^4 / (8.31 \times T)\}]$  20

(ただし、Vはエッチング量(μm)、Cはフッ酸濃度(wt%)、Tは絶対温度(K)、tはエッチング時間(min)を表す。)で表わされる時間でエッチング処理を行い、切削面から石英ガラスを20～200μmの量除去することで製造される。

【0011】上記フッ酸による石英ガラスのエッチング速度は、フッ酸濃度と温度という2つの条件に依存し、それらの間には式3

【0012】

【式3】 $v = 7.2 \times C^{2.4} \times \exp \{-2.7 \times 10^4 / (8.31 \times T)\}$  30

[ただし、vはエッチング速度(μm/min)を表わす。]の関係があることが本発明者等により実験的に見出されている。エッチング速度とエッチング時間、エッチング量とには $t = V / v$ の関係があるところから、式2が導かれ、この式2を用いることで任意のエッチング条件(フッ酸濃度、温度、エッチング量)におけるエッチング時間が決定できる。

【0013】上記フッ酸エッチングに伴う溝切り面の表面粗さの変化の一例を図2に示すが、表面粗さはエッチング処理直後、急激に増大して極大値に達したのち、徐々に減少しやがて一定値に達する。表面粗さが極大に達した後に亀甲構造が現れるが、その時までの石英ガラスのエッチング量は切削に使用するブレードの種類やブレードの周速度、送り速度等の切削条件によって異なり、切削後の初期表面が粗い程エッチング量を多くする必要がある。本発明の切削条件においてはエッチング量を20～200μmの範囲にするのがよい。エッチング量が20μm未満では亀甲構造が現れず、また200μmを 50

超える量の石英ガラスを除去しても表面構造に変化がなく無駄なエッチング処理となり好ましくない。

【0014】本発明の製造方法で使用するフッ酸は、その濃度が高い方がエッチング時間が短くてすむため好ましいが、一般的には70wt%以下のものが入手可能であるところから70wt%以下のフッ酸を使用する。しかし、フッ酸濃度が20wt%未満では、エッチングに時間がかかり過ぎるため好ましくないで、フッ酸濃度を20～70wt%の範囲とする。また、エッチング時の温度についてはとくに制御する必要がないが、273～323Kの範囲が好適である。温度が273K未満ではエッチングに時間がかかり過ぎ、また323Kを超えるとエッチング液が蒸発、揮散し易くなり取り扱い好ましくない。

【0015】本発明のシリコンウエーハ熱処理用石英ガラス治具の溝切りには高精度が要求されるところから、ダイヤモンドブレードが用いられるが、該ダイヤモンドブレードとしては具体的にメタルボンド型ダイヤモンドブレード、レジンボンド型ダイヤモンドブレード又はビトリファイドボンド型ダイヤモンドブレードが挙げられ、電着型ダイヤモンドブレードはマイクロクラックが大きく入り、またブレードの耐久性も劣るため好ましくない。前記ダイヤモンドブレードを具体的に使用するに当たっては、高精度、高品質な切断面を得るために、レジンボンドダイヤモンドブレードの場合、粒度：#140～230、結合度：N～R、集中度：75～125の仕様が、またメタルボンドダイヤモンドブレードの場合には、粒度：#140～230、結合度：N、集中度：30～75の仕様が、さらにビトリファイドダイヤモンドブレードの場合には粒度：#140～230、集中度：75～125の仕様が好適である。また、前記ダイヤモンドブレードによる溝切りにおいては溝幅がエッチング処理で拡大するので、溝幅の仕上り寸法より予定するエッチング量の分だけ小さめに切削するのがよい。

【0016】

【発明の実施の態様】次に具体例に基づいて本発明を詳細に説明するが、本発明はそれにより限定されるものではない。

【0017】

【実施例】実施例1～3

直径12mmのむく棒を用いてウェーハポートを作成し、表1に示す仕様のダイヤモンドブレードを用い周速度1300m/min、送り速度60mm/minで、溝深さ6mm、溝幅3mm、溝ピッチ3mmのウェーハポートを作成した。次いで各ウェーハポートについて表1に示すエッチング条件で処理した。実施例1の処理を行ったウェーハポートの溝切り面については走査電子顕微鏡写真を図3に示す。同写真から明らかなように亀甲構造の突起が存在していることが窺える。得られたシリコンウエーハ熱処理用石英ガラス治具についてその溝切

り面の表面形状を観察し、表面粗さおよび遷移金属異物数を測定した。その結果を表1に示す。

#### 【0018】比較例1

実施例と同様なウェーハボートを電着ダイヤモンドブレードで切削し、実施例1と同様なエッチング処理を行った。その結果を表1に示す。

#### 【0019】比較例2

実施例と同様なウェーハボートをレジンボンドダイヤモンドブレードで切削したのち従来採用されている低濃度のフッ酸溶液によるエッチング処理を行った。その結果10を表1に示す。

【0020】各実施例および比較例における数値は以下の測定方法で求めた値である。

#### (i) 表面粗さ

表面粗さ計(東京精密(株)製 Surfcom300\*

\*B)による $R_{a0.1}$ 及び $R_a$ (中心線平均粗さ)を測定した値。

#### 【0021】(ii) 突起間の平均間隔

上記(i)の表面粗さ計による粗さプロファイルのデータから単位長さ当たりの突起数を計測し、計算で求めた値

【0022】(iii) 遷移金属異物の数とその同定  
走査電子顕微鏡(日本電子(株)製 JSM5800LV)及びエネルギー分散型X線分析法(Oxford Link ISIS L2001-S/S-ATM)による遷移金属異物数の測定及びその遷移金属異物の元素組成の同定。

#### 【0023】

#### 【表1】

		実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2
ブレードの種類	ボンドの種類	レジン	ビトリ	メタル	電着	レジン
	粒径	# 230	# 200	# 325	# 200	# 230
	結合度	R	—	N	—	R
	集中度	75	100	30	—	75
溝切り面(エッチング前)	形状	微小な凹凸面	微小な凹凸面	微小な凹凸面	粗い凹凸面	微小な凹凸面
	$R_a$ ( $\mu m$ )	0.10	0.15	0.25	1.2	0.11
	$R_{ms}$ ( $\mu m$ )	0.9	1.3	2.9	7	1.1
	遷移金属異物数(ヶ/cm <sup>2</sup> )	9	< 1	10	13	12
HFエッチング条件	HF濃度(%)	50	50	20	50	5
	温度(℃)	20	20	40	20	20
	時間(分)	76	38	338	76	60
	エッチング量( $\mu m$ )	100	50	100	100	2
最終溝切り面	形状	亀甲状の突起あり	亀甲状の突起あり	亀甲状の突起あり	亀甲状の突起あり	細い溝状
	突起間の間隔( $\mu m$ )	80	60	80	210	—
	$R_a$	3	2	4	13	0.5
	$R_{ms}$	11	8	13	38	2.4
	遷移金属異物数(ヶ/cm <sup>2</sup> )	< 1	< 1	< 1	< 1	4

注) レジン: レジンボンド型ダイヤモンドブレード、ビトリ: ビトリファイドボンド型ダイヤモンドブレード、メタル: メタルボンド型ダイヤモンドブレード、電着: 電着型ダイヤモンドブレード。

【0024】〈評価〉上記表1から明らかなように実施例1〜3の溝切り面は表面粗さが増加しているが亀甲構造が存在し、微小凹凸やマイクロクラックがなくパーティ

※イクルの発生がない上に遷移金属異物も殆どみられず、高純度である。

【0025】一方、比較例1の溝切り面では亀甲構造が存在し、微小凹凸やマイクロクラックがなくパーティクルの発生がない上に遷移金属異物も殆どみれないが、亀甲構造の突起間隔が大きく、かつ表面粗さも大きいところからシリコンウェーハに損傷を与えた。

【0026】また、比較例2の溝切り面ではフッ酸によるエッチング処理が十分でないため、溝切り面に亀甲構造が現れず、また、遷移金属異物も完全には除去されていなかった。

【0027】

【発明の効果】本発明のシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具はその溝切り面が亀甲構造となり、微小凹凸やマイクロクラックがないためパーティクルの発生がなく、かつ遷移金属異物の残留のない高純度の切削面を有する石英ガラス治具である。そのため前記石英ガラス治具を用いたシリコンウェーハの熱処理において、シリコンウェーハの損傷や汚染がなく、高品質のシリコンウェーハが歩留りよく製造できる。

10

前記シリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具は従来の作成方法で得た治具を特定のエッチング条件で処理することで容易に製造でき、その工業的価値は高いものがある。

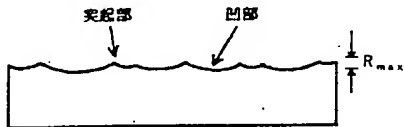
【図面の簡単な説明】

【図1】シリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具の溝切り面の模式断面図である。

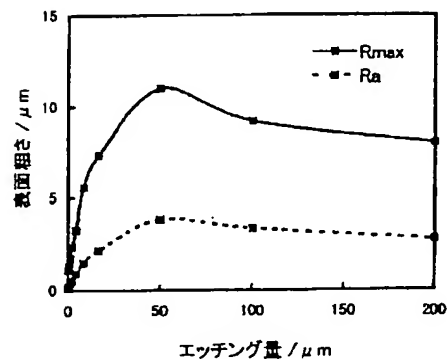
【図2】HFエッチングに伴う溝切り面の表面粗さの変化を示すグラフである。

【図3】実施例1のシリコンウェーハ熱処理用石英ガラス治具の溝切り面の走査電子顕微鏡写真図である。

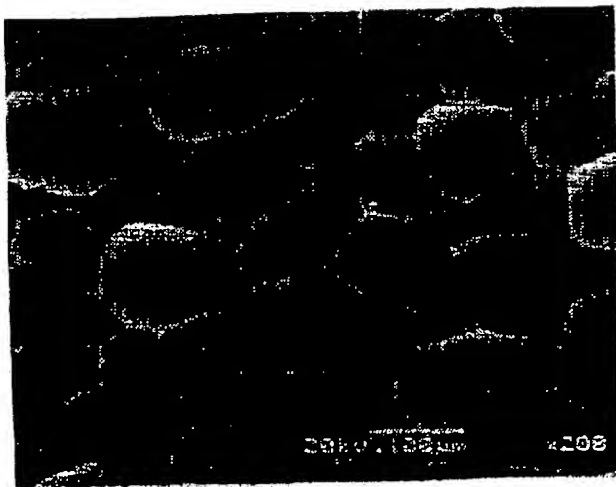
【図1】



【図2】



【図3】



図面代用写真